

PCT
WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales Büro
INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)



(51) Internationale Patentklassifikation 6 :

D01D 5/06, D01F 2/00

A1

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 96/30566

(43) Internationales
Veröffentlichungsdatum:

3. Oktober 1996 (03.10.96)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP96/01173

(22) Internationales Anmeldedatum: 19. März 1996 (19.03.96)

(30) Prioritätsdaten:
195 12 053.1 31. März 1995 (31.03.95) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): AKZO
NOBEL N.V. [NL/NL]; Postbus 9300, NL-6824 BM Am-
hem (NL).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): FRISCHMANN, Günter
[DE/DE]; Friedenstrasse 41, D-64404 Bickenbach (DE).

(74) Anwalt: FETT, Günter; Akzo Nobel Faser AG, Kasinostrasse
19-21, D-42103 Wuppertal (DE).

(81) Bestimmungsstaaten: AL, AM, AU, BB, BG, BR, CA, CN,
CZ, EE, FI, GE, HU, IS, JP, KG, KP, KR, LK, LR, LT, LV,
MD, MG, MK, MN, MX, NO, NZ, PL, RO, SG, SI, SK,
TR, TT, UA, US, UZ, VN, ARIPO Patent (KE, LS, MW,
SD, SZ, UG), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ,
MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, DE,
DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE),
OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR,
NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.
Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen
Frist. Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen
eintreffen.

(54) Title: METHOD OF PRODUCING CELLULOSE FIBRES

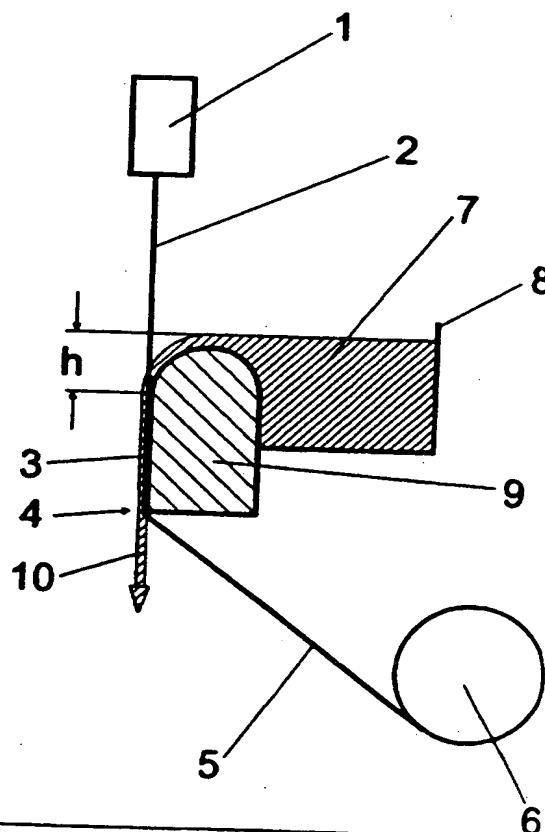
(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUM HERSTELLEN VON CELLULOSISCHEN FASERN

(57) Abstract

The invention concerns a method of producing cellulose fibres by extruding a spinning solution containing dissolved cellulose in a gaseous medium over a predetermined gas section, subsequent immersion in and passage through a coagulation bath over a predetermined coagulation section, and stretching and winding up the resultant cellulose fibres. The invention is characterized in that, after the gas section, the extruded spinning solution (2) is introduced into a coagulation bath which is accelerated to a predetermined speed and flows steadily at least approximately in the direction of the extruded spinning solution. The coagulation liquid (7) is fed laterally into the path of the spinning solution and the directions of flow of the spinning solution and of the coagulation liquid are maintained at least approximately parallel (3) over the entire coagulation section. On leaving the coagulation section, the resultant cellulose fibres (5) are laterally deflected (4) and then wound up (6).

(57) Zusammenfassung

Verfahren zur Herstellung von cellulosischen Fasern durch Extrudieren einer gelösten Cellulose enthaltenden Spinnlösung in ein gasförmiges Medium über eine vorbestimmte Gasstrecke, anschliessendem Eintauchen in und Führen durch ein Koagulationsbad über eine vorbestimmte Koagulationsstrecke, Verstrecken der erhaltenen Cellulosefasern und Aufwickeln, dadurch gekennzeichnet, dass die extrudierte Spinnlösung (2) nach der Gasstrecke in ein auf vorbestimmte Geschwindigkeit beschleunigtes, zumindest in etwa in Richtung der extrudierten Spinnlösung laminar fließendes Koagulationsbad eingeführt wird, wobei die Koagulationsflüssigkeit (7) seitlich in den Pfad der Spinnlösung zugeführt wird und die Flussrichtung der Spinnlösung und der Koagulationsflüssigkeit über die gesamte Koagulationsstrecke zumindest in etwa parallel gehalten wird (3), und dass die erhaltenen Cellulosefasern (5) beim Verlassen der Koagulationsstrecke seitlich umgelenkt (4) und danach aufgewickelt werden (6).



BEST AVAILABLE COPY

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

| | | | | | |
|----|--------------------------------|----|-----------------------------------|----|--------------------------------|
| AM | Armenien | GB | Vereinigtes Königreich | MX | Mexiko |
| AT | Österreich | GE | Georgien | NE | Niger |
| AU | Australien | GN | Guinea | NL | Niederlande |
| BB | Barbados | GR | Griechenland | NO | Norwegen |
| BE | Belgien | HU | Ungarn | NZ | Neuseeland |
| BF | Burkina Faso | IE | Irland | PL | Polen |
| BG | Bulgarien | IT | Italien | PT | Portugal |
| BJ | Benin | JP | Japan | RO | Rumänien |
| BR | Brasilien | KE | Kenya | RU | Russische Föderation |
| BY | Belarus | KG | Kirgisistan | SD | Sudan |
| CA | Kanada | KP | Demokratische Volksrepublik Korea | SE | Schweden |
| CF | Zentrale Afrikanische Republik | KR | Republik Korea | SG | Singapur |
| CG | Kongo | KZ | Kasachstan | SI | Slowenien |
| CH | Schweiz | LI | Liechtenstein | SK | Slowakei |
| CI | Côte d'Ivoire | LK | Sri Lanka | SN | Senegal |
| CM | Kamerun | LR | Liberia | SZ | Swasiland |
| CN | China | LX | Litauen | TD | Tschad |
| CS | Tschechoslowakei | LU | Luxemburg | TG | Togo |
| CZ | Tschechische Republik | LV | Lettland | TJ | Tadschikistan |
| DE | Deutschland | MC | Monaco | TT | Trinidad und Tobago |
| DK | Dänemark | MD | Republik Moldau | UA | Ukraine |
| EZ | Estland | MG | Madagaskar | UG | Uganda |
| ES | Spanien | ML | Mali | US | Vereinigte Staaten von Amerika |
| FI | Finnland | MN | Mongolei | UZ | Usbekistan |
| FR | Frankreich | MR | Mauritien | VN | Vietnam |
| GA | Gabon | MY | Malaysia | | |

Verfahren zum Herstellen von cellulosischen Fasern.

* * *

Beschreibung:

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von cellulosischen Fasern durch Extrudieren einer gelöste Cellulose enthaltenden Spinnlösung in ein gasförmiges Medium über eine vorbestimmte Gasstrecke, anschließend Eintauchen in und Führen durch ein Koagulationsbad über eine vorbestimmte Koagulationsstrecke, Verstrecken der erhaltenen Cellulosefasern und Aufwickeln.

Ein derartiges Verfahren ist beispielsweise aus DE-A-4409609 bekannt. Die Spinnlösung wird nach dem Durchlaufen der Gasstrecke in ein stehendes Koagulationsbad eingetaucht, welches dann zusammen mit der Spinnlösung beschleunigt wird. Die Beschleunigung des Koagulationsbades erfolgt über einen nach unten konisch sich verjüngenden Spinntrichter. Ein solcher Spinntrichter hat den Nachteil, daß das Anspinnen der

Spinnlösung große Probleme bereitet. Die erreichbare Wickelgeschwindigkeit liegt gemäß der Beispiele bei maximal 150 m/min, sodaß dieses bekannte Verfahren nicht besonders wirtschaftlich ist.

Ein weiteres derartiges Verfahren ist aus JP-A-61-19805 bekannt, bei dem wiederum die Spinnlösung in einen Spinntrichter extrudiert wird, wobei aufgrund der Abkapselung der Gasstrecke die Gasatmosphäre, in die die Spinnlösung extrudiert wird, stark mit der Koagulationsflüssigkeit angereichert ist, wodurch in der Gasstrecke eine Vorkoagulation eintritt, was nicht immer wünschenswert ist. Bei diesem bekannten Verfahren soll die Koagulationsflüssigkeit über die Wand des Spinntrichters in einer Schicht geführt werden, wodurch sich gerade am Auftreffpunkt der Spinnlösung auf die Koagulationsflüssigkeit eine Turbulenz ergibt. Diese Turbulenz hat häufige Spinnbrüche zur Folge, sodaß dieses Verfahren nur bei sehr wenig cellulosischen Spinnlösungen zu einem stabilen Spinnprozeß führt. In den Beispielen werden zwar Wickelgeschwindigkeiten von bis zu 1500 m/min genannt. Dies wird aber durch aufwendige Anordnung mehrerer Beschleunigungstrichter erreicht, wodurch zum einen das Anspinnen und zum anderen ein stabiler Spinnprozeß erheblich erschwert wird.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein weiteres Spinnverfahren zur Herstellung cellulosischer Fasern zur Verfügung zu stellen, welches wirtschaftlicher arbeitet. Insbesondere soll es die oben beschriebenen Nachteile zumindest mindern. Es soll auch ein Verfahren zur Herstellung cellulosischer Fasern zur Verfügung gestellt werden, welches auch bei Wickelgeschwindigkeiten oberhalb 1000 m/min auch bei empfindlichen cellulosischen Spinnlösungen, wie es beispielsweise bei Lösungen von Cellulose in einem Wasser

enthaltenden N-Oxid eines tertiären Amins, insbesondere N-Methylmorpholin -N-oxid (NMMO), der Fall ist, einen stabilen Prozeß liefert.

Diese Aufgabe wird bei dem eingangs genannten Verfahren dadurch gelöst, daß die extrudierte Spinnlösung nach der Gasstrecke in ein auf vorbestimmte Geschwindigkeit beschleunigte, zumindest in etwa in Richtung der extrudierten Spinnlösung laminar fließendes Koagulationsbad eingeführt wird, wobei die Koagulationsflüssigkeit seitlich in den Pfad der Spinnlösung zugeführt wird und die Flußrichtung der Spinnlösung und der Koagulationsflüssigkeit über die gesamte Koagulationsstrecke zumindest in etwa parallel gehalten wird, und daß die erhaltenen Cellulosefasern beim Verlassen der Koagulationsstrecke seitlich umgelenkt und danach aufgewickelt werden.

Die seitliche laminare Zuführung der Koagulationsflüssigkeit kann auf einfache Weise dadurch erreicht werden, daß die eine Seite eines Vorratsbehälters für die Koagulationsflüssigkeit als Überlauf ausgebildet ist, wobei der Überlauf derart ausgeformt ist, daß die Koagulationsflüssigkeit einerseits entlang der Ausformung fließt und andererseits die Koagulationsflüssigkeit von der Waagrechten in die Flußrichtung der Spinnlösung umlenkt. Diese Ausformung kann im einfachen Fall die Form eines Viertelkreises oder einer Parabel aufweisen, wobei jedoch darauf geachtet werden muß, daß vom Auslauf bis zum Übergang zur Flußrichtung der Spinnlösung eine stete Kurve gebildet ist, um zu gewährleisten, daß Turbulenzen weitgehend vermieden werden, sodaß die Spinnlösung in einen laminaren Koagulationsflüssigkeits-Strom eintauchen kann. Günstig ist es, wenn der Überlauf nach der Übergangsstelle in die Flußrichtung der Spinnlösung noch bis zum Ende

der Koagulationsstrecke parallel zur Flußrichtung der Spinnlösung weitergeführt wird, wobei dann die Unterkante des Überlaufes dazu benutzt werden kann, den entstandenen cellulosischen Faden umzulenken, indem von einer seitlich versetzten Aufwickelvorrichtung der entstandene Faden über die untere Kante des Überlaufes gezogen wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich zur Herstellung von Fasern, wobei unter dem Begriff Fasern Monofilamente, Multifilamentfäden, aber auch Hohlfäden verstanden werden. Das Verfahren ist gleichermaßen auch zur Herstellung von porösen Fasern geeignet. Die Fasern können runden Querschnitt, aber auch profilierten Querschnitt aufweisen.

Die erfindungsgemäße Herstellung cellulosischer Fasern gelingt vorzüglich, wenn die Koagulationsflüssigkeit einseitig der Spinnlösung in einer konstanten Schichtdicke im Bereich von 1,0 bis 5 mm zugeführt wird. Hierbei ist es von besonderem Vorteil, wenn die Schichtdicke etwa 1 bis 3 mal so dick eingestellt wird wie der größte Durchmesser der extrudierten Spinnlösung. Bei dem oben näher beschriebenen Überlauf, kann die Schichtdicke besonders einfach dadurch gewährleistet werden, wenn man dem Vorratsbehälter für die Koagulationsflüssigkeit eine solche Menge an Koagulationsflüssigkeit zuführt, daß sich am tangentialen Auslauf auf dem Überlauf die gewünschte Schichtdicke einstellt. Natürlich muß hierbei dafür gesorgt werden, daß die Koagulationsflüssigkeit dem Vorratsbehälter zumindest beruhigt, ohne Turbulenzen im Vorratsbehälter zu verursachen, zugeführt wird. Die Mittel, die hierzu erforderlich sind, sind dem Fachmann hinreichend bekannt und brauchen insofern nicht näher erläutert werden.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es empfehlenswert, wenn die Geschwindigkeit der Koagulationsflüssigkeit am Eintauchpunkt der Spinnlösung auf einen Wert zwischen 30 bis 200 m/min, vorzugsweise zwischen 50 und 80 m/min, eingestellt wird, wobei die Herstellung der cellulosischen Fasern dann besonders gut gelingt, wenn die Koagulationsstrecke auf eine Länge von 0,5 bis 8 cm, bevorzugt auf eine Länge von 1 bis 4 cm, eingestellt wird.

Die Geschwindigkeit am Eintauchpunkt läßt sich bei dem oben näher beschriebenen Verfahren durch den Höhenunterschied zwischen dem Flüssigkeitsspiegel im Vorratsbehälter und dem Eintauchpunkt der Spinnlösung, dem Punkt, an dem der Überlauf in die Flußrichtung der Spinnlösung übergeht, bestimmen. Die am Eintauchpunkt herrschende Geschwindigkeit bestimmt sich dann aus der Wurzel aus dem Produkt aus zwei mal Erdbeschleunigung mal Höhenunterschied (die mit sich selbst multiplizierte Geschwindigkeit entspricht also dem Produkt aus zwei mal Erdbeschleunigung multipliziert mit dem Höhenunterschied). Wird ein solcher Überlauf verwendet, wird die Koagulationsstrecke in einfacher Weise über die Strecke des Überlaufs bestimmt, die sich zwischen dem Eintauchpunkt und der Unterkante des Überlaufs ergibt.

Um die Koagulationsflüssigkeit am Ausgang der Koagulationsstrecke besonders gut von dem entstandenen cellulosischen Faden zu entfernen, hat es sich besonders bewährt, wenn die koagulierten Cellulosefasern in einem Wickel zwischen 45 und 60° zur Flußrichtung der Koagulationsflüssigkeit nach der Koagulationsstrecke umgelenkt werden. Es empfiehlt sich hierbei, die erhaltenen Cellulosefasern plötzlich aus der Flußrichtung der Koagulationsflüssigkeit nach der Koagulationsstrecke umzulenken. Plötzlich im Sinne der vorliegenden

Erfindung bedeutet, daß der Weg der erhaltenen Fasern in einem sehr kurzen Bereich, der lediglich wenige Millimeter umfaßt, ihre Bewegungsrichtung ändern. Hierzu ist es von Vorteil, wenn die erhaltenen Cellulosefasern nach der Koagulationsstrecke derart plötzlich aus der Flußrichtung der Koagulationsflüssigkeit umgelenkt werden, daß sie im Umlenkbereich einen Radius von 0,2 bis 2 mm, bevorzugt einen Radius zwischen 0,3 und 1 mm, bilden. Dies kann bei dem oben erwähnten Überlauf dadurch erreicht werden, daß die Unterkante des Überlaufes mit einem entsprechenden Radius versehen wird.

Für eine Lösung von Cellulose in einem Wasser enthaltenden N-Oxid eines tertiären Amins, insbesondere von N-Methylmorpholin -N-oxid (NMMO), als Spinnlösung hat sich das erfindungsgemäße Verfahren als besonders vorteilhaft herausgestellt.

Die Erfindung wird anhand einer Figur und anhand der nachfolgenden Beispielen näher erläutert.

In der schematischen Figur ist mit 1 eine Spinndüse dargestellt, aus welcher eine Spinnlösung 2 in ein Gas, beispielsweise Umgebungsluft gesponnen wird, welche dann in eine nach unten strömende Koagulationsflüssigkeit eintaucht und in dieser bis zum Ablenkpunkt 4 verbleibt, wonach der inzwischen koagulierte Faden 5 in Richtung der Aufwicklung 6 plötzlich umgelenkt wird und danach über die Aufwickelvorrichtung 6, beispielsweise auf eine nicht extra dargestellte, sich auf der Aufwicklung befindliche Spule, aufgewickelt wird. Bei der plötzliche Umlenkung an der Umlenkstelle 4 fließt der weitaus überwiegende Teil der Koagulationsflüssigkeit nach unten weiter (siehe Strom 10 mit Pfeil), sodaß vom Faden 5 zumindest überwiegend die Koagulationsflüssigkeit entfernt ist. Es

hat sich hierbei herausgestellt, daß es günstig ist, wenn der Faden unter einem Winkel, der sich zwischen dem Strom 10 und dem Faden 5 ergibt, von 45 und 60 ° abgezogen wird.

Für die Koagulationsflüssigkeit 7 ist ein Vorratsbehälter 8 vorgesehen, in den über nicht gezeigte Mittel eine konstante Menge an Koagulationsflüssigkeit möglichst turbulenzfrei zugeführt wird. Zur Erreichung des möglichst laminaren Stromes der Koagulationsflüssigkeit 7/3 am Eintauchpunkt ist der Vorratsbehälter 8 der Koagulationsflüssigkeit 7 zur Flußrichtung der Spinnlösung 2 hin über einen Überlauf 9 begrenzt, wobei durch die ständige und konstante Zugabe von Koagulationsflüssigkeit 7 in den Vorratsbehälter 8 sich eine bestimmte Dicke des zur Spinnlösung 2 fließenden, zumindest überwiegend laminaren Koagulationsflüssigkeits-Stromes einstellt. Die Bestimmung der Geschwindigkeit, die die Koagulationsflüssigkeit am Eintauchpunkt der Spinnlösung 2 aufweist, ergibt sich über den Höhenunterschied h zwischen Flüssigkeitsspiegel der Koagulationsflüssigkeit 7 im Vorratsbehälter 8 und dem Übergang der Kurve des Überlaufs 9 in die senkrechte Anordnung. Wie schon erwähnt errechnet sich die Geschwindigkeit der Koagulationsflüssigkeit am Eintauchpunkt über die Wurzel aus dem Produkt aus zwei mal Erdbeschleunigung mal Höhenunterschied h .

Nachfolgend wird die Erfindung anhand von Vergleichsbeispielen und erfindungsgemäßen Beispielen näher erläutert.

Beispiele

Die eingesetzte Spinnlösung enthält in allen Beispielen 15% Cellulose, 10% Wasser und 75% NMMMO, welche aus Zellstoff V65, zu beziehen von Buckeye auf die für die Herstellung von

NMMO-Spinnlösungen bekannte Weise hergestellt wurde. Die auf einer Temperatur von 120 °C gehaltene Spinnlösung wurde in Luft gesponnen. Der Düsenlochdurchmesser der verwendeten Spinndüse betrug 200 µm, wobei der in der Tabelle angegebene Massenstrom m durch die Spinndüse extrudiert wurde. Die Spinnlösung tauchte nach einer Gasstrecke von 18 cm in ein Koagulationsbad ein und wurde am Ende des Bades unter einem Winkel von 60 ° zur eigentlichen Fließrichtung der Spinnlösung in Richtung einer Aufwickelvorrichtung abgezogen und dort bei einer Geschwindigkeit v_{sp} des Fadens aufgewickelt, die so ausgewählt wurde, daß der Faden ohne zu brechen, aufgewickelt werden konnte. Es handelt sich also bei v_{sp} jeweils um die maximal mögliche Aufwickelgeschwindigkeit, bei der bei der Herstellung der Fäden noch kein Bruch auftrat. Bei den Beispielen 1 bis 3 (Vergleichsbeispiele) wurde ein stehendes Fällbad eingesetzt (Geschwindigkeit der Fällbadflüssigkeit am Eintauchpunkt entspricht $u_E = 0$ m/min), während bei den Beispielen 4 bis 6 die in der Figur beschriebene Vorrichtung zum Einsatz kam, wobei die Geschwindigkeit u_E am Eintauchpunkt der Spinnlösung in die Koagulationsflüssigkeit herrschte. Die weiteren Prozeßdaten und Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengefaßt.

Tabelle

| Beispiel | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
|-----------------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| m | g/h | 27,5 | 34,2 | 49,1 | 88,4 | 35,3 | 37,0 | 43,2 | 57,6 |
| u _E | m/min | 0 | 0 | 0 | 0 | 60 | 60 | 60 | 60 |
| v _{sp} | m/min | 850 | 950 | 990 | 850 | 1210 | 1200 | 1200 | 1200 |
| Titer | dtex | 0,81 | 0,9 | 1,24 | 2,6 | 0,73 | 0,77 | 0,9 | 1,2 |

Aus den Beispielen geht hervor, daß bei Anwendung des Erfindungsgemäßen Verfahrens mit deutlich höherer Aufwickelgeschwindigkeit gearbeitet werden kann als bei Verwendung eines herkömmlichen stehenden Fällbades.

Verfahren zum Herstellen von cellulosischen Fasern.

* * *

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von cellulosischen Fasern durch Extrudieren einer gelöste Cellulose enthaltenden Spinnlösung in ein gasförmiges Medium über eine vorbestimmte Gasstrecke, anschließend Eintauchen in und Führen durch ein Koagulationsbad über eine vorbestimmte Koagulationsstrecke, Verstrecken der erhaltenen Cellulosefasern und Aufwickeln, dadurch gekennzeichnet, daß die extrudierte Spinnlösung nach der Gasstrecke in ein auf vorbestimmte Geschwindigkeit beschleunigte, zumindest in etwa in Richtung der extrudierten Spinnlösung laminar fließendes Koagulationsbad eingeführt wird, wobei die Koagulationsflüssigkeit seitlich in den Pfad der Spinnlösung zugeführt wird und die Flußrichtung der Spinnlösung und der Koagulationsflüssigkeit über die gesamte Koagulationsstrecke zumindest in etwa parallel gehalten wird, und daß die erhaltenen Cellulosefasern beim Verlassen der

Koagulationsstrecke seitlich umgelenkt und danach aufgewickelt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Koagulationsflüssigkeit einseitig der Spinnlösung in einer konstanten Schichtdicke im Bereich von 1,0 bis 5 mm zugeführt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Schichtdicke etwa 1 bis 3 mal so dick eingestellt wird wie der größte Durchmesser der extrudierten Spinnlösung.
4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Geschwindigkeit der Koagulationsflüssigkeit am Eintauchpunkt der Spinnlösung auf einen Wert zwischen 30 bis 200 m/min eingestellt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Geschwindigkeit der Koagulationsflüssigkeit auf einen Wert zwischen 50 und 80 m/min eingestellt wird.
6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Koagulationsstrecke auf eine Länge von 0,5 bis 8 cm eingestellt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Koagulationsstrecke auf eine Länge von 1 bis 4 cm eingestellt wird.
8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die koagulierten Cellulosefasern in einem Wickel zwischen 45 und 60 °C zur

Flußrichtung der Koagulationsflüssigkeit nach der Koagulationsstrecke umgelenkt werden.

9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die erhaltenen Cellulosefasern plötzlich aus der Flußrichtung der Koagulationsflüssigkeit nach der Koagulationsstrecke umgelenkt werden.
10. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die erhaltenen Cellulosefasern nach der Koagulationsstrecke derart plötzlich aus der Flußrichtung der Koagulationsflüssigkeit umgelenkt werden, daß sie im Umlenkbereich einen Radius von 0,2 bis 2 mm bilden.
11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß ein Radius zwischen 0,3 und 1 mm eingestellt wird.
12. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß als Spinnlösung eine Lösung von Cellulose in einem Wasser enthaltenden N-Oxid eines tertiären Amins, insbesondere N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO), verwendet wird.

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP 96/01173

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 6 D01D5/06 D01F2/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 6 D01D D01F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|-----------|--|--------------------|
| X | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 009, no. 096 (C-278), 25. April 1985 & JP, A, 59 228012 (ASAHI KASEI KOGYO KK), 21. Dezember 1984, siehe Zusammenfassung --- | 1-11 |
| A | DE, A, 44 09 609 (THUERINGISCHES INST FUER TEXTI) 13. Oktober 1994 in der Anmeldung erwähnt --- | |
| A | EP, A, 0 574 870 (THUERINGISCHES INST FUER TEXTI) 22. Dezember 1993 --- | |
| A | EP, A, 0 172 001 (DU PONT) 19. Februar 1986 ----- | |

☐ Weitere Veröffentlichungen und der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

* A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

* E* Älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

* L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

* O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

* P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

* T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

* X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

* Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

* A* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

15. Juli 1996

Abschließdatum des internationalen Recherchenberichts

22.07.96

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentaan 2
NL - 2280 SV Rijswijk
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 631 epo nl,
Fax (+ 31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Beauftragter

Tarrida Torrell, J

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 96/01173

| Patent document cited in search report | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|---|---------------------|----------------------------|---------------------|
| DE-A-4409609 | 13-10-94 | NONE | |
| EP-A-0574870 | 22-12-93 | DE-A- 4219658 | 23-12-93 |
| | | DE-C- 4308524 | 22-09-94 |
| | | US-A- 5417909 | 23-05-95 |
| EP-A-0172001 | 19-02-86 | US-A- 4869860 | 26-09-89 |
| | | AU-B- 570129 | 03-03-88 |
| | | AU-B- 4582385 | 13-02-86 |
| | | CA-A- 1254358 | 23-05-89 |
| | | JP-C- 1445515 | 30-06-88 |
| | | JP-A- 61047814 | 08-03-86 |
| | | JP-B- 62052047 | 04-11-87 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 96/01173

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | Datum der Veröffentlichung | Mitglied(er) der Patentfamilie | Datum der Veröffentlichung |
|--|-------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|
| DE-A-4409609 | 13-10-94 | KEINE | |
| EP-A-0574870 | 22-12-93 | DE-A- 4219658 | 23-12-93 |
| | | DE-C- 4308524 | 22-09-94 |
| | | US-A- 5417909 | 23-05-95 |
| EP-A-0172001 | 19-02-86 | US-A- 4869860 | 26-09-89 |
| | | AU-B- 570129 | 03-03-88 |
| | | AU-B- 4582385 | 13-02-86 |
| | | CA-A- 1254358 | 23-05-89 |
| | | JP-C- 1445515 | 30-06-88 |
| | | JP-A- 61047814 | 08-03-86 |
| | | JP-B- 62052047 | 04-11-87 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 96/01173

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 6 D01D5/06 D01F2/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 D01D D01F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|--|-----------------------|
| X | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 009, no. 096 (C-278), 25 April 1985 & JP,A,59 228012 (ASAHI KASEI KOGYO KK), 21 December 1984, see abstract | 1-11 |
| A | DE,A,44 09 609 (THUERINGISCHES INST FUER TEXTI) 13 October 1994 cited in the application | |
| A | EP,A,0 574 870 (THUERINGISCHES INST FUER TEXTI) 22 December 1993 | |
| A | EP,A,0 172 001 (DU PONT) 19 February 1986 | |

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- *A* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

15 July 1996

Date of mailing of the international search report

22.07.96

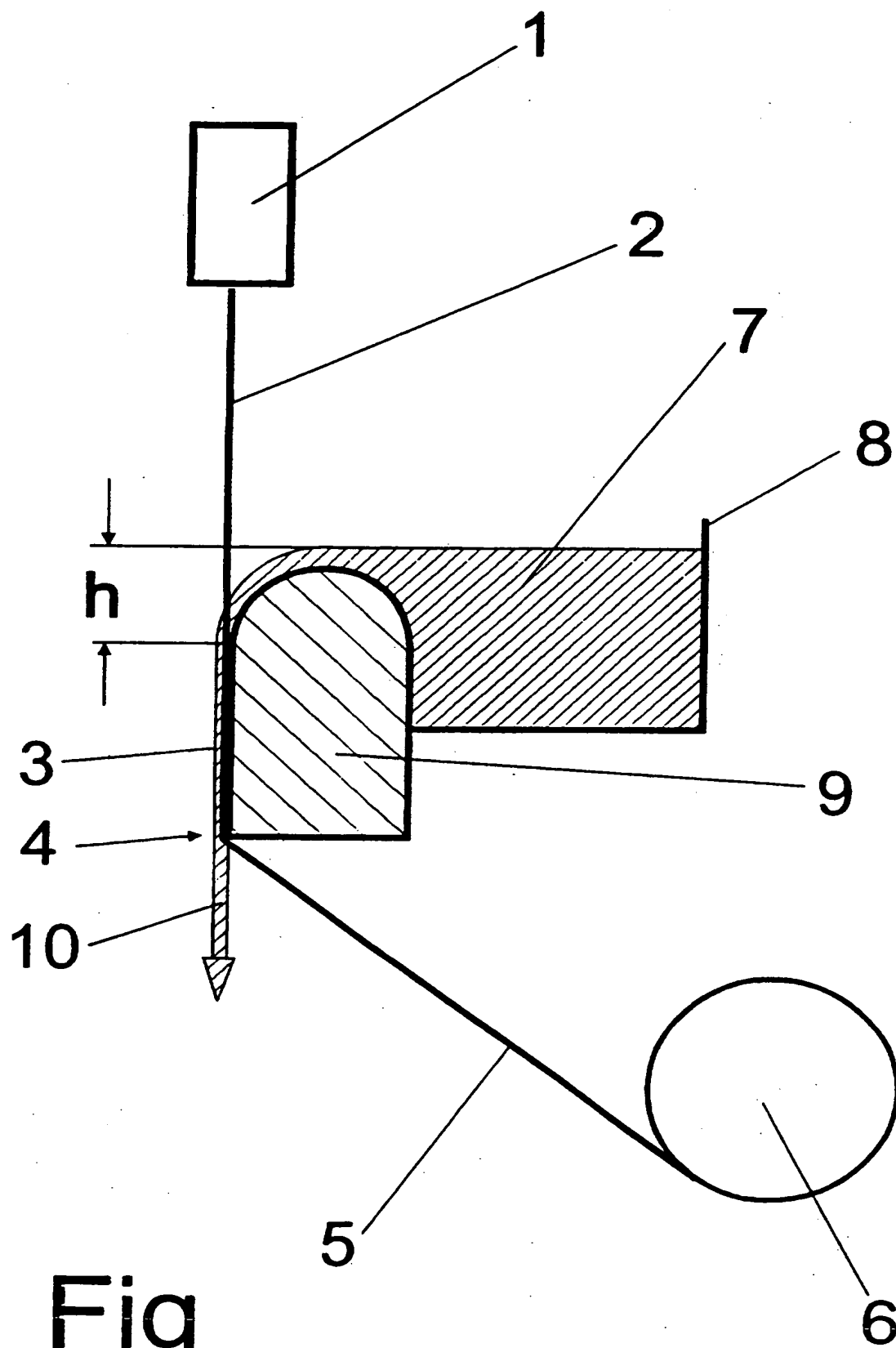
Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 631 epo nl.
Fax (+ 31-70) 340-3016

Authorized officer

Tarrida Torrell, J.

1/1



Fig

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.